



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 196 19 790 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
G 01 N 1/28
G 01 N 30/08

⑳ Aktenzeichen: 196 19 790.2
㉔ Anmeldetag: 15. 5. 96
㉚ Offenlegungstag: 5. 12. 96

DE 196 19 790 A 1

Mit Einverständnis des Anmelders offengelegte Anmeldung gemäß § 31 Abs. 2 Ziffer 1 PatG

㉙ Anmelder:

LWG Lausitzer Wasser GmbH & Co. KG, 03046
Cottbus, DE

㉚ Erfinder:

Geppert, Helmut G.H., 03050 Cottbus, DE

⑤④ Methode und Vorrichtung zur beschleunigten Anreicherung von Analyten während der Festphasenmikroextraktion

⑤⑦ Die vorliegende Erfindung betrifft eine Methode und eine Vorrichtung zur Beschleunigung der Anreicherung von Analyten aus der flüssigen Phase in eine Mikrofaser während der Festphasenmikroextraktion.
Die Beschleunigung des Übergangs von Analyten aus der Probenflüssigkeit und Anreicherung in die Mikrofaser wird durch eine zusätzliche Rotation der Mikrofaser um ihre eigene Achse erreicht. Die Probenflüssigkeit wird dabei nicht gerührt.

DE 196 19 790 A 1

Abb. 1

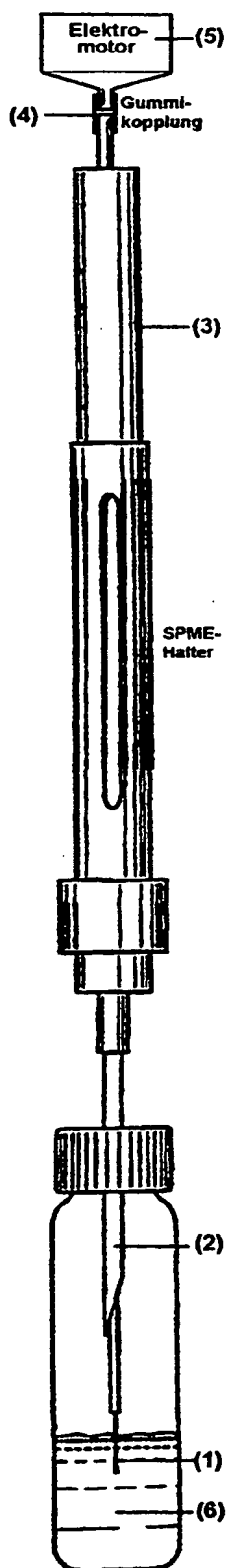
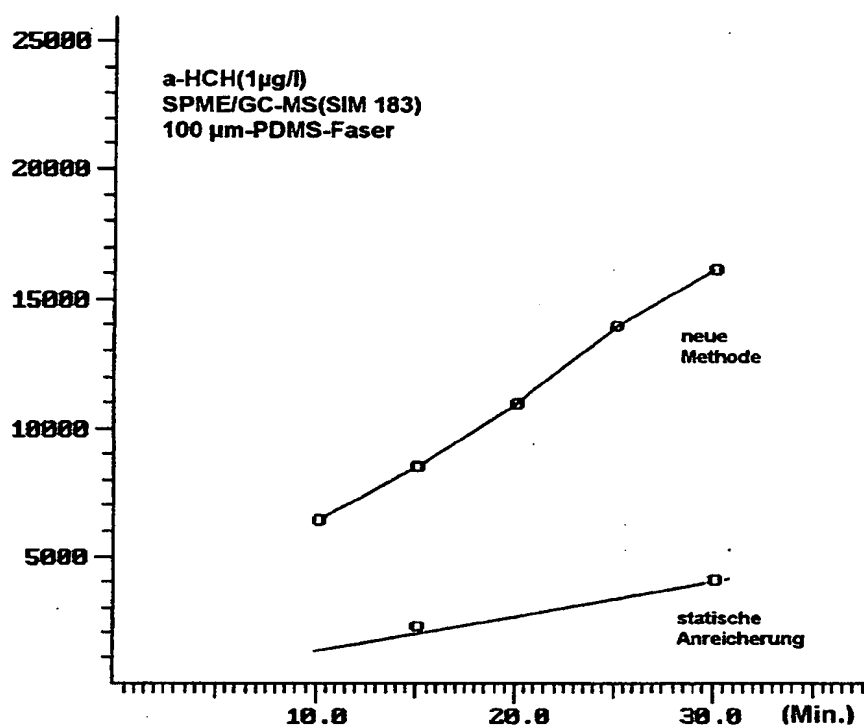


Abb. 2



Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Methode und eine Vorrichtung zur Beschleunigung der Anreicherung von Analyten (z. B. Pestiziden) aus der flüssigen Phase (z. B. Wasser) in eine Mikrofasern (z. B. in eine mit einer polymeren Flüssigkeit beschichteten Fused silica Faser).

Es ist bereits bekannt, daß im Wasser befindliche Schadstoffe in einer Mikrofasern angereichert und anschließend mit Hilfe eines Gaschromatographen analysiert werden können. Diese als Festphasenmikroextraktion oder SPME (solid phase micro extraction) bekannte Technik wurde von Janusz B. Pawliszyn erfunden (EP-523 092 B1 vom 29.06.1994). Ein Überblick über die Leistungsfähigkeit dieser Methode wurde von Pawliszyn und Mitarbeitern in der Zeitschrift *Environ. Sci. Technol.* Vol. 28, Nr. 13, S. 569A—574A, 1994 publiziert.

Dabei wird eine 1 cm lange und 100 µm dicke Fused silica Faser mit einer festen Flüssigkeit (z. B. Polydimethylsiloxan) beschichtet und mit Hilfe einer speziellen Vorrichtung (SPME-Halter der Firma Supelco, USA) in die Probenflüssigkeit eingetaucht. Im Wasser befindliche Schadstoffe (Analyte) werden in dieser Faser angereichert und anschließend im Injektor eines Gaschromatographen thermisch desorbiert und analysiert.

Zeitlich läuft der Vorgang wie folgt ab (siehe auch Abb. 1):

V1 Positionieren der Hohlzylinder (2) über der Probenflüssigkeit (6).

V2 Herausschieben der in der Hohlzylinder (2) befindlichen Mikrofasern (1) aus der Hohlzylinder (2) in die Probenflüssigkeit (6).

V3 Extraktion von Analyten aus der Probenflüssigkeit (6) in die Mikrofasern (1). Dieser Zeitabschnitt wird als Analytanreicherungszeit bezeichnet.

V4 Zurückschieben der Mikrofasern (1) in die Hohlzylinder (2).

V5 Positionieren der Hohlzylinder (2) über dem Injektor eines Gaschromatographen.

V6 Durchstechen der Hohlzylinder (2) durch das Septum des Injektors und Positionieren der Hohlzylinder im heißen Insert des Injektors.

V7 Herausschieben der Mikrofasern (2) aus der Hohlzylinder.

V8 Thermische Desorption der Analyten aus der Mikrofasern. Dieser Zeitabschnitt wird als Analyt-desorptionszeit bezeichnet.

V9 Zurückschieben der Mikrofasern (1) in die Hohlzylinder (2).

V10 Herausziehen der Hohlzylinder (2) aus dem Injektor des Gaschromatographen.

Der zeitliche Ablauf (Punkte V1 bis V10) kann sowohl manuell als auch automatisch mit Hilfe eines Autosamplers durchgeführt werden. Nachteilig sind bei dieser Methode die langen Analytanreicherungszeiten beim Nachweis von Analyten im Spurenbereich (Konzentration kleiner 1 µg/l) mit Anreicherungszeiten von über 5 h und länger.

Um die Anreicherungszeiten zu verkürzen wird üblicherweise während der Analytanreicherung die Probenflüssigkeit (6) mit einem Magnetrührer gerührt.

Intensives Rühren der Probenflüssigkeit (6) kann zu einem Verlust von Analyten führen, da das Rühren der gesamten Probenflüssigkeit (6) eine verstärkte Wechselwirkung der Analyten mit den aktiven Zentren der inneren Gefäßoberflächen bedingt. Die gleiche Beschleunigung der Analytanreicherung wird durch nachfolgende Offenbarung erzielt:

Während der Anreicherung von Analyten aus der Probenflüssigkeit in die Mikrofasern (Analytanreicherungszeit) rotiert die Mikrofasern (1) zusätzlich um ihre eigene Achse. Die Probenflüssigkeit (6) wird dabei nicht gerührt.

Allgemeine Beschreibung des erfindungsgemäßen Verfahrens: Abb. 1 zeigt die Vorrichtung zur beschleunigten Anreicherung von Analyten in die Mikrofasern (1). Am oberen Ende des Führungskolben (3) eines kommerziellen SPME-Halters wird mit Hilfe einer Gummikopplung (4) ein Elektromotor (5) installiert. Nachdem die Mikrofasern (1) in die Probe eingetaucht ist (zeitlicher Ablauf: Punkt V3), wird der Motor (5) eingeschaltet, so daß die Mikrofasern (1) während der Analytanreicherungszeit zusätzlich um ihre eigene Achse rotiert. Die Ergebnisse des erfindungsgemäßen Verfahrens sind in Abb. 2 dargestellt. Dargestellt ist die Größe der Peakfläche des a-HCH-Signals (Konzentration 1 µg/l) in Abhängigkeit von der Analytanreicherungszeit (Minuten). Dabei wurde die Anreicherung sowohl statisch (d. h. durch bloßes Eintauchen der Faser in die Flüssigkeit) als auch mit zusätzlicher Rotation der Faser (neue Methode) durchgeführt. Wie der Abb. 2 zu entnehmen, führt die zusätzliche Rotation der Faser zu einer Beschleunigung der Anreicherung und damit zu einer Verkürzung der Analysenzeit.

Die Ergebnisse in Abb. 2 wurden mit Hilfe eines VARIAN-Autosamplers und der in Abb. 1 dargestellten Vorrichtung erzielt. Der Elektromotor (5) wurde dabei an der oberen Führung des Spritzenhalters befestigt. Die Bestimmung der Peakflächen erfolgte mit Hilfe eines SATURN II-Gerätes der Firma VARIAN.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Ausführen der Festphasenmikroextraktion bei dem während der Analytanreicherungszeit die Mikrofasern mit einer frei wählbaren Umdrehungsgeschwindigkeit um die eigene Achse rotiert.
2. Verfahren nach 1, die sowohl automatisch mit Hilfe eines Autosamplers als auch manuell mit Hilfe einer manuellen Mikrofasernhalterung durchgeführt werden.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen